

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-259511

(43)Date of publication of application : 16.09.1992

(51)Int.Cl. B29B 13/00
B29B 7/28
B29B 7/44
B29B 7/82
C08J 3/09
C08J 9/28

(21)Application number : 03-021068

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 14.02.1991

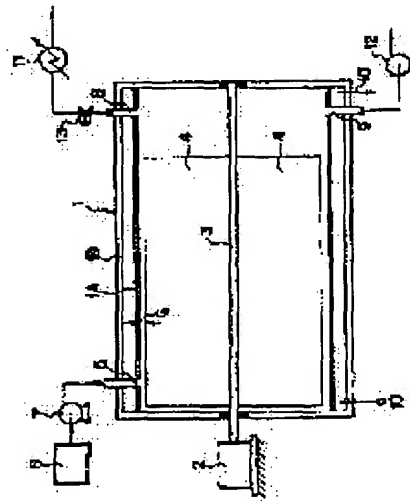
(72)Inventor : KUMANO RUISU
AKIYAMA MASAMI
KATO TAKAYUKI
HAGIWARA TOSHIYUKI

(54) MANUFACTURE AND ITS DEVICE OF HIGH-DENSITY CELLULOSE TRIACETATE SOLUTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To enable reliably and at high productivity formation of high-density dope from low-density dope and obtain the high-density dope which is not mixed with gel.

CONSTITUTION: After preparation of a low-density cellulose triacetate solution, the same is led between a cylinder body 1 and a rotary locus of an outer circumference of a rotary blade 4 tuning in a circumferential direction of the inside of the cylinder body 1 and high density cellulose triacetate solution is obtained while evaporating a solvent by giving a temperature difference between the solution and the cylinder body 1.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-259511

(43) 公開日 平成4年(1992)9月16日

| (51) Int.Cl. ⁵ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|---------|-----|--------|
| B 2 9 B 13/00 | | 7722-4F | | |
| | 7/28 | 7722-4F | | |
| | 7/44 | 7722-4F | | |
| | 7/82 | 7722-4F | | |
| C 0 8 J 3/09 | C E P | 7918-4F | | |

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全 5 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平3-21068

(22) 出願日 平成3年(1991)2月14日

(71) 出願人 000001270

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72) 発明者 熊野 ルイス

東京都日野市さくら町1番地 コニカ株式会社内

(72) 発明者 秋山 正巳

東京都日野市さくら町1番地 コニカ株式会社内

(72) 発明者 加藤 高行

東京都日野市さくら町1番地 コニカ株式会社内

(74) 代理人 弁理士 永井 義久

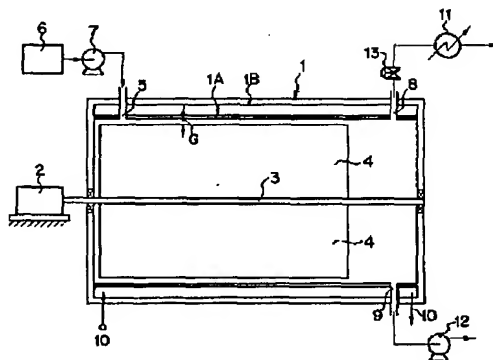
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高濃度セルローストリアセテート溶液の製造方法とその装置

(57) 【要約】

【目的】 低濃度ドーブから確実にかつ高い生産性をもって高濃度ドーブを生成できるとともに、ゲルの混入のない高濃度ドーブを得ること。

【構成】 低濃度セルローストリアセテート溶液を調製した後、これを筒体1とその内部の周方向に回転する回転羽根4外周の回転軌跡との間に導くとともに、溶液との間に温度差を与えて溶媒を蒸発させながら高濃度セルローストリアセテート溶液を得る。



【特許請求の範囲】

【請求項1】低濃度セルローストリアセテート溶液を調製した後、これを筒体とその内部の周方向に回転する回転羽根外周の回転軌跡との間に導くとともに、溶液との間に温度差を与えて溶媒を蒸発させながら高濃度セルローストリアセテート溶液を得ることを特徴とするセルローストリアセテート溶液の製造方法。

【請求項2】低濃度セルローストリアセテート溶液の濃度がセルローストリアセテート溶液基準で7~17重量%である請求項1記載の方法。

【請求項3】高濃度セルローストリアセテート溶液の濃度がセルローストリアセテート溶液基準で14~43重量%である請求項1記載の方法。

【請求項4】セルローストリアセテートはアセチルセルローストリアセテートを58~62.5重量%含む請求項1記載の方法。

【請求項5】筒体と、その内部に周方向に回転する回転羽根と、その回転羽根外周の回転軌跡との間に連通する低濃度セルローストリアセテート溶液の供給口と、前記回転羽根の回転領域を離れた溶媒ガス排出口と、この溶媒ガス排出口とは別であり、回転羽根の回転領域を離れた高濃度セルローストリアセテート溶液排出口と、少なくとも前記低濃度セルローストリアセテート溶液の供給口と溶媒ガス排出口との間の領域の実質的全体においてセルローストリアセテート溶液を加熱する加熱手段とを備えたことを特徴とする高濃度セルローストリアセテート溶液の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、セルローストリアセテートの製造方法とその装置に関する。

【0002】

【従来の技術】写真用などの感光材料用支持体として、セルローストリアセテートフィルムが用いられている。この種のセルローストリアセテートフィルムの製造に際しては、セルローストリアセテートの高濃度溶液（ドープともいう）の調製工程、濾過工程、流延工程および乾燥工程から基本的に構成されている。

【0003】前記のドープは、製膜工程において、ドラムまたはエンドレスベルト上に流延され、その過程で一部の溶媒が蒸発され（第1乾燥工程）、ベースが自己保持性をもった時点でドラムまたはエンドレスベルトから剥離される。その後、ドライヤーにより最終的に乾燥される（第2乾燥工程）。この場合、第1乾燥工程においては片面乾燥であり、第2乾燥工程においては両面乾燥が行われる。したがって、製膜工程全体の効率、第1乾燥工程におけるドラムまたはエンドレスベルト上の滞留時間が律速となる。

【0004】その結果、流延するドープ中の残留する溶媒濃度が低いほど、ベースからの剥離時点の残留溶媒濃

度までの溶媒蒸発量が減り、第1乾燥工程での滞留時間が短くなり、結果的に製膜工程の生産性が高まる。

【0005】このような観点から、次記のような高濃度のドープを得る方法が開発されている。

（1）セルローストリアセテートと溶媒とを混合し、高温高圧下で溶解を行う方法（USP2,858,228号、特開昭61-129031号）。

（2）連続的にセルローストリアセテートと溶媒とを容器に供給し、高温高圧下で溶解し、容器の反対側から連続的に高濃度のドープを抜き出す連続式高濃度ドープ調製方法（特開昭61-106628号）。

（3）予め加熱した低濃度ドープをノズルから容器内に吹込み、ドープをノズルから容器内壁に当たるまでの間に溶媒の一部をフラッシュ蒸発させるとともに、蒸気は容器から抜き出し、濃縮ドープを容器底から抜き出す方法（USP2,541,012号、同2,858,229号、同4,414,341号、同4,504,355号）。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかし、前記の（1）および（2）の方法は、濃縮法を用いて生成したドープに比較して、濾過性が悪い欠点がある。

【0007】また、（3）のフラッシュ濃縮法は、低濃度ドープから高濃度ドープを調製できる利点を有するが、溶媒の蒸発機構はドープの内部拡散律速であるため、溶媒の表面蒸発速度は内部拡散速度より速く、表面に部分的過剰乾燥が生じる。これは、本発明者らの知見によれば、容器内壁面での溶媒の蒸発を防止することができず、また表面が更新されないことが原因である。

【0008】その結果、得られる高濃度ドープには、ゲルが混入する。このゲルを含むドープを濾過すると、濾材の目詰まりが加速され、濾過工程の負担が大きくなる。さらに、ゲル状固形物が変形して濾材を通過することがあり、得られた高濃度ドープをたとえば流延方式により感光材料用支持体を製膜するとき、ベース故障を生じ、到底実用に適しないものとなることがある。

【0009】したがって、本発明の課題は、低濃度ドープから確実にかつ高い生産性をもって高濃度ドープを生成できるとともに、ゲルの混入のない高濃度ドープを得ることにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記課題は、方法的には、低濃度セルローストリアセテート溶液を調製した後、これを筒体とその内部の周方向に回転する回転羽根外周の回転軌跡との間に導くとともに、溶液との間に温度差を与えて溶媒を蒸発させながら高濃度セルローストリアセテート溶液を得ることで解決できる。

【0011】また、装置的には、筒体と、その内部に周方向に回転する回転羽根と、その回転羽根外周の回転軌跡との間に連通する低濃度セルローストリアセテート溶液の供給口と、前記回転羽根の回転領域を離れた溶媒排

出口と、この溶媒排出口とは別であり、回転羽根の回転領域を離れた高濃度セルローストリアセテート溶液排出口と、少なくとも前記低濃度セルローストリアセテート溶液の供給口と溶媒排出口との間の領域の實質的全体においてセルローストリアセテート溶液を加熱する加熱手段とを備えたことで解決できる。

【0012】

【作用】本発明では、筒体とその内部の周方向に回転する回転羽根外周の回転軌跡との間に低濃度セルローストリアセテート溶液を導くとともに、溶液との間に温度差を与えて溶媒を蒸発させながら高濃度セルローストリアセテート溶液を得ることとしているので、低濃度セルローストリアセテート溶液は筒体とその内部の周方向に回転する回転羽根外周の回転軌跡との間隙において、常にその溶液が更新されながら溶媒の蒸発作用を受けるために、従来例にみられるゲルの発生がなく、また攪拌熱が発生し、溶媒の蒸発が促進される利点もある。しかも、後述の実施例のように、本発明によると、セルローストリアセテート溶液基準で14~43重量%と高濃度のセルローストリアセテート溶液を得ることができるため、ゲルの発生がないとと相俟って、濾過工程の負担が軽くなるまたは不要とすることができる。

【0013】

【実施例】以下本発明を図面を参照しながら具体例によりさらに詳説する。

【0014】第1図および第2図は本発明装置例を示したもので、1は筒体で、その内部には駆動モーター2により回転軸3を介して周方向に回転する放射方向に向かう回転羽根4群が配設されている。この回転羽根4の外縁と筒体1の内壁1Aの内面とは僅かな間隙Gが確保されており、この間隙Gに連通して低濃度セルローストリアセテート溶液の供給口5が形成されている。

【0015】この低濃度セルローストリアセテート溶液の供給口5には、その調製装置6からの低濃度セルローストリアセテート溶液がポンプ7を介して送給され、前記間隙G内に供給される。他方、回転羽4は第1図に示すように、一端は筒体1の一端に近接しているのに対して他端は筒体1の他端と離れており、したがって、回転羽根の回転領域を離れた位置に筒体1内に連通して溶媒ガス排出口8が形成されている。さらに、この溶媒ガス排出口8とは別に、同様に回転羽根の回転領域を離れた位置において筒体1内に連通して高濃度セルローストリアセテート溶液排出口9が形成されている。

【0016】他方、前記の筒体1は内壁1Aと外壁1Bとの二重壁とされ、その環状室内部に対して加熱媒体10たとえば温水が一端から導入され、他端から導出されることで、前記セルローストリアセテート溶液に対して蒸発濃縮を図るように構成されている。

【0017】このように構成された高濃度セルローストリアセテート溶液の製造装置においては、セルロースト

リアセテートを溶媒、たとえばメチレンクロライドと炭素数6以下のアルコールの混合溶剤に溶解することにより、好ましくは濃度がセルローストリアセテート溶液基準で7~17重量%である低濃度溶液が調製される。これが、筒体1とその内部の周方向に回転する回転羽根4外周の回転軌跡との間、すなわち前記間隙G内に導かれると、その間隙に相当する薄いドーブの薄膜が形成されるとともに、内壁1Aからの熱を受けて、溶液中の溶媒が蒸発作用を受ける。蒸発した溶媒は、溶媒ガス排出口8から排出され、コンデンサー11により冷却され、溶媒の回収がなされる。

【0018】ドーブ中の溶媒蒸発速度は、膜内拡散速度律速であることから、膜表面のみを過剰に乾燥させると、セルローストリアセテートのゲルが発生するが、蒸発過程で、膜表面のドーブが回転羽根4の回転により常に更新されながら溶媒の蒸発作用を受けるために、従来例にみられるゲルの発生がなく、また攪拌熱が発生し、溶媒の蒸発が促進される利点もある。

【0019】かくして、ゲルの発生について心配することなく蒸発濃縮を行うことができるので、後述の実施例のように、本発明によると、セルローストリアセテート溶液基準で14~43重量%と高濃度のセルローストリアセテート溶液を得ることができる。その結果、ゲルの発生がないことと相俟って、濾過工程の負担が軽くなるまたは不要とすることができる。得られた高濃度セルローストリアセテート溶液は、その排出口9からポンプ12により濾過工程あるいは直接貯留タンクに導かれる。

【0020】溶媒の蒸発速度または得ようとする高濃度セルローストリアセテート濃度は、排出量調節弁13の開度およびまたは加熱媒体10の温度もしくは供給流量により制御することができる。

【0021】一般に、加熱媒体の温度としては、40~200℃、特に40~150℃が望ましい。

【0022】また、セルローストリアセテートはアセチルセルローストリアセテートを58~62.5重量%含むものが適している。回転羽根の回転数としては、10~2000rpmが好ましく、また回転羽根外周の軌跡と内壁内面とのギャップ（換言すれば薄膜の厚み）0.001~100mm、特に0.1~10mmが望ましい。回転羽根の形状としては適宜選択でき、たとえば第3図および第4図のものなどを用いることができる。

【0023】本発明装置において、筒体は実施例のように横型のほか、縦型でもよい。また、テーバーを有するものでもよい。溶媒ガス排出口8は好ましくは回転羽根4の回転域を避けるのが望ましい。

【0024】（実施例）以下実施例を示し、本発明の効果を明らかにする。

【0025】予め従来公知の方法によりゲルの発生しない条件にて、低濃度セルローストリアセテート溶液を調製した。調製条件は次記の通りである。

5

セルローストリアセテート 100(重量)部
 TPP 16部
 メチレンクロライド 455部
 エチルアルコール 75部

かかる溶液を $1.7 \times 10^{-2} \text{ kg/sec}$ の供給速度で第1図および第2図に示す装置に供給し、高濃度セルローストリアセテート溶液出口の温度が90℃に保つようにジャケットに温水を流し、かつ内圧が 2 kg f/cm^2 となるように、溶媒ガス出口の調節弁の開度を調整しながら、21.1重量%の高濃度セルローストリアセテート溶液を調製した。

【0026】この溶液について、定速濾過法により濾過性を評価したところ、同じ温度で直接溶解したドーブの約2倍の濾過性を示した。

【0027】

【発明の効果】以上の通り、本発明によれば、低濃度ドーブから確実にかつ高い生産性をもって高濃度ドーブを

6

生成できるとともに、ゲルの混入のない高濃度ドーブを得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の装置例の縦断面図である。

【図2】その横断面図である。

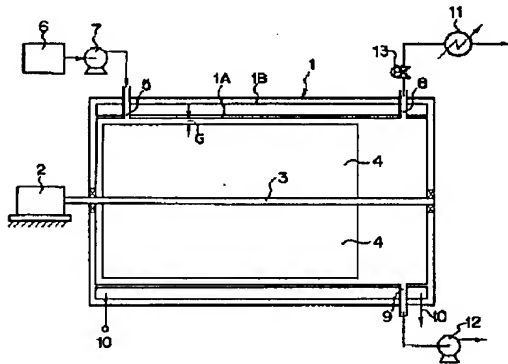
【図3】回転羽根の他の例の横断面図である。

【図4】その側面図である。

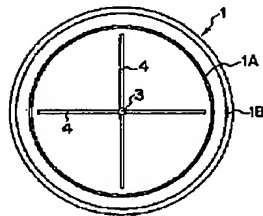
【符号の説明】

- 1 筒体
- 3 回転軸
- 4 回転羽根
- 6 低濃度セルローストリアセテート調製装置
- 8 溶媒ガス排出口
- 9 高濃度セルローストリアセテート溶液排出口
- 10 加熱媒体
- 11 コンデンサー

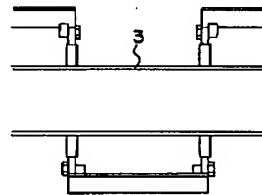
【図1】



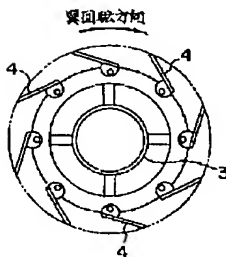
【図2】



【図3】



【図4】



【手続補正書】

【提出日】平成3年4月8日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】その結果、流延するドープ中の残留する溶媒濃度が低いほど、ドラムまたはエンドレスベルトからの剥離時点の残留溶媒濃度までの溶媒蒸発量が減り、第1乾燥工程での滞留時間が短くなり、結果的に製膜工程の生産性が高まる。

フロントページの続き

| | | | | |
|----------------------------|-------|---------|-----|--------|
| (51) Int. Cl. ⁵ | 識別記号 | 序内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
| C 0 8 J 9/28 | C E P | 7148-4F | | |

(72)発明者 萩原 俊幸
東京都日野市さくら町1番地 コニカ株式
会社内

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第2部門第4区分
 【発行日】平成10年(1998)12月15日

【公開番号】特開平4-259511
 【公開日】平成4年(1992)9月16日
 【年通号数】公開特許公報4-2596
 【出願番号】特願平3-21068
 【国際特許分類第6版】

B29B 13/00
 7/28
 7/44
 7/82
 C08J 3/09 CEP
 9/28 CEP

【F1】

B29B 13/00
 7/28
 7/44
 7/82
 C08J 3/09 CEP
 9/28 CEP

【手続補正書】

【提出日】平成3年4月8日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

*【0004】その結果、流延するドープ中の残留する溶媒濃度が低いほど、ドラムまたはエンドレスベルトからの剥離時点の残留溶媒濃度までの溶媒蒸発量が減り、第1乾燥工程での滞留時間が短くなり、結果的に製膜工程の生産性が高まる。

*

【手続補正書】

【提出日】平成9年6月19日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正内容】

【0011】また、装置的には、筒体と、その内部に周方向に回転する回転羽根と、その回転羽根外周の回転軌跡との間に連通する低濃度セルローストリアセテート溶液の供給口と、前記回転羽根の回転領域を離れた溶媒ガス排出口と、この溶媒ガス排出口とは別であり、回転羽根の回転領域を離れた高濃度セルローストリアセテート溶液排出口と、少なくとも前記低濃度セルローストリアセテート溶液の供給口と溶媒ガス排出口との間の領域の実質的全体においてセルローストリアセテート溶液を加熱する加熱手段とを備えたことで解決できる。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正内容】

【0012】

【作用】本発明では、筒体とその内部の周方向に回転する回転羽根外周の回転軌跡との間に低濃度セルローストリアセテート溶液を導くとともに、溶液との間に温度差を与えて溶媒を蒸発させながら高濃度セルローストリアセテート溶液を得ることとしているので、低濃度セルローストリアセテート溶液は筒体とその内部の周方向に回転する回転羽根外周の回転軌跡との間隙において、常にその溶液が更新されながら溶媒の蒸発作用を受けるために、従来例にみられるゲルの発生がなく、また攪拌熱が発生し、溶媒の蒸発が促進される利点もある。しかも、後述の実施例のように、本発明によると、セルローストリアセテート溶液基準で14~43重量%と高濃度のセ

ルローストリアセート溶液を得ることができるため、ゲルの発生がないことと相俟って、濾過工程の負担が軽くなるまたは不要とすることができる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正内容】

【0015】この低濃度セルローストリアセート溶液の供給口5には、その調製装置6からの低濃度セルロー

ストリアセート溶液がポンプ7を介して送給され、前記間隙G内に供給される。他方、回転羽根4は第1図に示すように、一端は筒体1の一端に近接しているのに対して他端は筒体1の他端と離れており、したがって、回転羽根の回転領域を離れた位置に筒体1内に連通して溶媒ガス排出口8が形成されている。さらに、この溶媒ガス排出口8とは別に、同様に回転羽根の回転領域を離れた位置において筒体1内に連通して高濃度セルローストリアセート溶液排出口9が形成されている。